

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»

(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)



СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

[Signature]
Е.П. Собина

[Signature]
2022 г.

«ГСИ. Анализаторы спектрофотометрические АСФ-1. Методика поверки»

МП 112-223-2021

Екатеринбург
2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ заведующий лабораторией 223 Собина А.В., ведущий инженер лаборатории 223 Ким Н.А., старший научный сотрудник лаборатории 223 Зыскин В.М.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в январе 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Перечень операций поверки средства измерений.....	5
4 Требования к условиям проведения поверки.....	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6 Метрологические и технические требования к средства поверки.....	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	8
8 Внешний осмотр средства измерений.....	8
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	9
10 Проверка метрологических характеристик средства измерений.....	9
11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям..	11
12 Оформление результатов поверки.....	12
Приложение А (обязательное). Методика приготовления контрольных растворов меди (Cu^{2+}) для испытаний и поверки анализаторов АСФ-1	13

Дата введения в действия «__» _____ 2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы спектрофотометрические АСФ-1 (далее – анализаторы АСФ-1), зав. № 0001 и зав. № 0002, изготовленные Негосударственным частным образовательным учреждением высшего образования «Технический университет УГМК» (НЧОУ ВО «Технический университет УГМК»), г. Верхняя Пышма Свердловской области. Анализаторы АСФ-1 подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка анализаторов АСФ-1 должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость измерений к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 посредством использования стандартного образца (СО) состава массовой доли меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) – ГСО 10800-2016 для приготовления контрольных поверочных растворов согласно приложения А настоящей методики поверки.

1.3 В настоящей методике реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов АСФ-1, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате проверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}), г/дм ³	от 0 до 30 включ.
Пределы допускаемой основной приведенной погрешности, % ¹⁾	±4,0
Стабильность выходного сигнала (показаний) за 8 ч непрерывной работы, %	2,0
Изменение выходного сигнала (показаний) от изменения температуры анализируемой среды на каждые ±10°С, %, не более	±1,0
¹⁾ За нормирующее значение принимают верхний предел диапазона измерений анализатора АСФ-1, г/дм ³	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

ГОСТ 12.3.019-80 Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» в редакции приказа Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жид-

ких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

Приказ Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 15 декабря 2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

Примечание – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке анализаторов АСФ-1 должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка метрологических характеристик средства измерений:			10
- основной приведенной погрешности измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+});	да	да	10.1
- подтверждение диапазона измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+});	да	да	10.2
- изменения выходного сигнала (показаний) от изменения температуры анализируемой среды на каждые ± 10 °С;	да	нет	10.3
- стабильности выходного сигнала (показаний) анализатора за 8 ч непрерывной работы.	да	нет	10.4
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, указанных в таблице 2, проводится настройка анализатора АСФ-1 в соответствии с «Руководством по эксплуатации»). Далее необходимые операции повторяют вновь, в случае повторного невы-

полнения требований поверка прекращается, анализатор АСФ-1 бракуется, и выполняются операции по п. 12 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки анализаторов АСФ-1 должны быть соблюдены следующие условия измерений (если не оговорено иное):

- температура окружающей среды, °С 25±10;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

4.2 Проверку анализатора АСФ-1 проводят в лабораторных условиях в статическом режиме, для чего поверяемый анализатор АСФ-1 демонтируют с измерительной позиции согласно «Руководству по эксплуатации».

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К поверке анализаторов АСФ-1 допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование с профессиональной подготовкой и опытом, вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), прошедшие специальное обучение в качестве поверителя средств измерений физико-химического состава и свойств веществ, изучившие «Руководство по эксплуатации» анализаторов АСФ-1.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки анализаторов АСФ-1 применяют стандартные образцы, средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры, относительной влажности и атмосферного давления с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11
	СО состава меди высокой чистоты (аттестованное значение массовой доли меди не менее 99,95 %, ПГ ±0,012 % при P=0,95) для приготовления контрольных растворов согласно обязательного приложения А.	СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) – ГСО 10800-2016.
	Средство измерений массы не ниже 2 класса, диапазон измерений от 0,2 до 200,0 г, допускаемая абсолютная погрешность измерения ±0,0003 г.	Весы лабораторные электронные АТЛ-220d4-I, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 36268-07
	Средство измерений температуры анализируемой среды с диапазоном измерений от 8 °С до 38 °С, ПГ ±0,1 °С.	Термометр лабораторный ТЛ-18, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 2534-69

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Средство измерений температуры анализируемой среды с диапазоном измерений от 30 °С до 100 °С, ПГ ±0,2 °С.	Термометр к прибору Жукова для определения температуры плавления парафинов ТН-5, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 113-49
	Испытательное оборудование, обеспечивающее поддержание температуры контрольных растворов в диапазоне температур от +20 °С до +100 °С, точность поддержания температуры ±0,1 °С.	Термостат циркуляционный LOIP LT-116b
	Мерная посуда для приготовления контрольных растворов.	Стакан В-1-400 ТХС по ГОСТ 25336-82
		Цилиндр 1-100-2 по ГОСТ 1770-74
		Пипетки 2-2-10, 2-2-100 по ГОСТ 29169-91
		Колбы мерные 2-500-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770-74
	Реактивы и материалы для приготовления контрольных растворов.	Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, раствор, разбавленный 1:1
Кислота серная по ГОСТ Р 58144-2018, раствор, разбавленный 1:2		
Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018		
Раздел 10 Проверка метрологических характеристик средства измерений	3 контрольных раствора, приготовленные из СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) – ГСО 10800-2016 согласно обязательного приложения А.	Раствор №1 с концентрацией ионов меди (Cu ²⁺) 0,6 г/дм ³ , относительная погрешность приготовления контрольного раствора 0,11 % (P=0,95).
		Раствор №2 с концентрацией ионов меди (Cu ²⁺) 15 г/дм ³ , относительная погрешность приготовления контрольного раствора 0,25 % (P=0,95).
		Раствор №3 с концентрацией ионов меди (Cu ²⁺) 30 г/дм ³ , относительная погрешность приготовления контрольного раствора 0,47 % (P=0,95).
	Средство измерений температуры анализируемой среды с диапазоном измерений от 8 °С до 38 °С, ПГ ±0,1 °С.	Термометр лабораторный ТЛ-18, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 2534-69

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Средство измерений температуры анализируемой среды с диапазоном измерений от 30 °С до 100 °С, ПП ±0,2 °С.	Термометр к прибору Жукова для определения температуры плавления парафинов ТН-5, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 113-49
	Испытательное оборудование, обеспечивающее поддержание температуры контрольных растворов в диапазоне температур от +20 °С до +100 °С, точность поддержания температуры ±0,1 °С.	Термостат циркуляционный LOIP LT-116b

6.2 Стандартные образцы (СО) и средства измерений (СИ), применяемые для поверки анализаторов АСФ-1 должны быть утвержденного типа, СИ на момент использования должны быть поверены, СО должны иметь действующие паспорта. Испытательное оборудование (ИО), используемое при поверке анализаторов АСФ-1 должно быть аттестовано.

6.3 Допускается применение других средств поверки и СО состава утвержденного типа, соответствующих области применения поверяемого анализатора АСФ-1, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки соблюдают требования безопасности электрических испытаний и измерений согласно ГОСТ 12.3.019, требования Приказа Министерства труда и социальной защиты РФ от 15 декабря 2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», а также указания по обеспечению безопасности, изложенные в «Руководстве по эксплуатации» анализаторов АСФ-1.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре поверяемого анализатора АСФ-1 должно быть установлено:

- наличие маркировки и четких надписей на основных блоках анализатора АСФ-1;
- наличие заводского номера, обеспечивающего идентификацию каждого экземпляра средств измерений (СИ), и возможность его прочтения в процессе эксплуатации СИ;
- соответствие внешнего вида и комплектности анализатора сведениям, приведенным в «Руководстве по эксплуатации» и описании типа;
- отсутствие видимых повреждений основных блоков анализатора АСФ-1, соединительных кабелей и сетевых разъемов.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора АСФ-1 выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Поверку анализаторов АСФ-1 проводят в статическом режиме в лабораторных условиях, для чего поверяемый анализатор АСФ-1 демонтируют с измерительной позиции согласно «Руководству по эксплуатации».

9.2 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.3 Перед проведением операций поверки согласно таблицы 1 выполняют следующие подготовительные работы:

- готовят контрольные растворы по методике приготовления контрольных растворов меди (Cu^{2+}) для испытаний и поверки анализаторов АСФ-1, изложенной в обязательном приложении А к настоящей методике поверки;

- перед определением метрологических характеристик проводят необходимую регулировку и подготовку анализатора АСФ-1 к работе в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

10 Проверка метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка основной приведенной погрешности

10.1.1 Проверку основной приведенной погрешности измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) в водных растворах, содержащих кислоты, проводят методом прямых измерений поверяемым анализатором АСФ-1 массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) не менее трех контрольных растворов, приготовленных из ГСО 10800-2016 согласно методике приготовления контрольных растворов (приложение А).

Основную приведенную погрешность измерений анализатора АСФ-1 определяют не менее чем в трех точках диапазона измерений, расположенных на начальном ((0–20) %), среднем ((45–55) %) и конечном ((80–100) %) участках диапазона измерений при температуре анализируемой среды (25 ± 5) °С. Число измерений в каждой из указанных точек диапазона должно быть не менее трех.

10.1.2 В соответствии с указаниями «Руководства по эксплуатации» на поверяемый анализатор АСФ-1 подают питание и прогревают его в течение 15 мин.

Поочередно датчик анализатора АСФ-1 погружают в приготовленные термостатированные контрольные растворы с значениями массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) в растворах, соответствующими началу, середине и концу диапазона измерений анализатора АСФ-1.

Через 1 мин после погружения датчика в контрольный раствор фиксируют полученные результаты. После каждого погружения датчика анализатор АСФ-1 в контрольный раствор определенной концентрации его промывают дистиллированной водой одинаковой температуры с раствором, тщательно протирают и просушивают.

10.1.2 По полученным n ($n \geq 3$) результатам измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) каждого контрольного раствора рассчитывают средние арифметические значения концентрации в растворе и принимают за результаты измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) для трех точек диапазона измерений.

10.2 Подтверждение диапазона измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+})

10.2.1 Подтверждение диапазона измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) в водных растворах, содержащих кислоты, проводят в ходе проведения поверки по п. 10.1 методики поверки, используя не менее трех контрольных растворов, приготовленных из ГСО 10800-2016 согласно методике приготовления (приложение А).

10.2.2 Устанавливают факт измерения массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) в начале, середине и конце заявленного в эксплуатационной документации анализатора АСФ-1 диапазона измерений в пределах нормированных значений основной приведенной погрешности согласно п.11.1 настоящей методики.

10.3 Проверка изменения выходного сигнала (показаний) от изменения температуры анализируемой среды на каждые ± 10 °С

10.3.1 Проверку изменения выходного сигнала (показаний) от изменения температуры анализируемой среды на каждые ± 10 °С проводят в рабочем диапазоне температур анализируемой среды в одной точке диапазона измерений анализатора АСФ-1, соответствующей (45–55) % диапазона измерений, при числе измерений не менее трех.

10.3.2 Датчик анализатора АСФ-1 погружают в один и тот же контрольный раствор, приготовленный по методике приготовления контрольных растворов (приложение А) и соответствующий середине диапазона измерений анализатора АСФ-1 (раствор № 2), термостатированный при следующих рабочих значениях температур раствора: (25 ± 5) °С, (30 ± 2) °С, (40 ± 2) °С, (50 ± 2) °С и (60 ± 2) °С.

10.3.3 По полученным n ($n \geq 3$) результатам измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) контрольного раствора (раствор № 2) при каждом вышеуказанном значении температуры рассчитывают средние арифметические значения концентрации в растворе и принимают за результаты измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) в растворе при температуре t .

10.4 Проверка стабильности выходного сигнала (показаний) анализатора за 8 ч непрерывной работы

10.4.1 Проверку стабильности выходного сигнала (показаний) анализатора АСФ-1 за 8 ч непрерывной работы проводят в одной точке диапазона измерений, соответствующей (45–55) % диапазона измерений, с неизменяемыми входными параметрами при рабочей температуре контрольного раствора (50 ± 10) °С.

10.4.2 Определение стабильности выходного сигнала (показаний) анализатора АСФ-1 за 8 ч непрерывной работы проводят в следующей последовательности:

- датчик анализатора АСФ-1 погружают в термостатированный контрольный раствор (раствор № 2);

- периодически (каждый час) фиксируют не менее трех последовательных значений выходного сигнала (показаний) поверяемого анализатора АСФ-1.

- по полученным n ($n \geq 3$) результатам измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) контрольного раствора рассчитывают среднее арифметическое значение и принимают его за результат измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) контрольного раствора в k -ой серии измерений

$$X_k = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n X_{ki}; \quad (1)$$

- такие измерения повторяют каждый час в течение 8 ч (проводят k серий измерений), оставляя неизменными режим и условия работы анализатора АСФ-1.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Подтверждение соответствия анализатора АСФ-1 метрологическим требованиям при проверке основной приведенной погрешности

11.1.1 Основную приведенную погрешность анализатора АСФ-1 определяют по формуле

$$\gamma_i = \frac{\Delta X_i}{X_{\text{норм}}} \cdot 100, \quad (2)$$

где γ_i – основная приведенная погрешность анализатора АСФ-1 в i -ой точке диапазона измерений, %;

$\Delta X_i = \overline{X}_i - X_{\text{дт}}$ – абсолютная погрешность измерений анализатора АСФ-1 в i -ой точке диапазона измерений, определяемая как разность между измеренным и действительным значениями массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) контрольного раствора, г/дм³;

$X_{\text{норм}}$ – нормирующее значение, за которое принимают верхний предел диапазона измерений анализатора АСФ-1, г/дм³.

Действительные значения массовой концентрации устанавливают по значению массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) контрольных растворов, приготовленных согласно приложению А, погрешность аттестации которых обеспечивает необходимый запас по точности измерений относительно поверяемого анализатора АСФ-1.

11.1.2 Основную приведенную погрешность измерений анализаторов АСФ-1 оценивают по наибольшему из полученных по формуле (1) значений в трех точках диапазона измерений анализатора АСФ-1 при рабочей температуре растворов (25±5) °С.

11.1.3 Основная приведенная погрешность измерений поверяемого анализатора АСФ-1 должна находиться в интервале ±4,0 %.

11.2 Подтверждение соответствия анализатора АСФ-1 метрологическим требованиям при подтверждении диапазона измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+})

Считают, что анализатор АСФ-1 выдержал поверку по п.11.2, если подтвержден факт измерений массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) в водных растворах, содержащих кислоты, в диапазоне от 0 до 30 г/дм³ в пределах нормированных значений основной приведенной погрешности измерений согласно п.11.1 настоящей методики.

11.3 Подтверждение соответствия анализатора АСФ-1 метрологическим требованиям при проверке изменения выходного сигнала (показаний) от изменения температуры анализируемой среды на каждые ±10 °С

11.3.1 По полученным по п. 10.3.3 средним арифметическим значениям массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) в контрольном растворе при температуре t определяют максимальную разность показаний между воспроизведенными значениями массовой концентрации ионов меди (Cu^{2+}) контрольного раствора в заданном рабочем диапазоне температур анализируемой среды и относят ее к нормирующему значению.

11.3.2 Максимальное изменение выходного сигнала (показаний) анализатора АСФ-1 от изменения температуры анализируемой среды на каждые ±10 °С в заданном рабочем диапазоне температур анализируемой среды должно находиться в интервале ±1,0 %.

11.4 Подтверждение соответствия анализатора АСФ-1 метрологическим требованиям при проверке стабильности выходного сигнала (показаний) анализатора за 8 ч непрерывной работы

11.4.1 Стабильность выходного сигнала (показаний) анализатора АСФ-1 за 8 ч непрерывной работы определяют по формуле

$$G = \frac{1}{X} \sqrt{\sum_{k=1}^k (X_k - X)^2 / (k-1)} \cdot 100, \quad (3)$$

где $X = \frac{1}{k} \sum_{k=1}^k X_k$, где k – число серий измерений в течение 8 часов.

11.4.2 Считают, что анализатор АСФ-1 выдержал поверку по 10.4, если стабильность показаний G , %, за 8 ч непрерывной работы не превышает 2,0 %.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки анализатора АСФ-1 оформляют протоколом произвольной формы.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор АСФ-1 признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

12.3 Нанесение знака поверки на анализаторы АСФ-1 не предусмотрено. Пломбирование анализаторов АСФ-1 не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки поверяемый анализатор АСФ-1 признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 или действующими на момент поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений» или действующими на момент поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

Зав. лабораторией 223 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.В. Соби́на

Ведущий инженер лаб. 223 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.А. Ки́м

Методика приготовления контрольных растворов меди (Cu^{2+}) для испытаний и поверки анализаторов АСФ-1 (диапазон измерений от 0 до 30 $\text{кг}/\text{м}^3$)

Методика предназначена для приготовления контрольных растворов меди (Cu^{2+}) сернокислой, содержащих свободную серную кислоту и используемых при испытаниях и поверке анализатора спектрофотометрического АСФ-1 из СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) – ГСО 10800-2016.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Для приготовления контрольных растворов меди (Cu^{2+}) применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

- 1.1 СО состава меди высокой чистоты – ГСО 10800-2016;
- 1.2 Весы лабораторные аналитические любого типа не ниже 2 класса, диапазон измерений 0,2 до 200,0 г, допускаемая абсолютная погрешность измерения $\pm 0,0003$ г;
- 1.3 Стакан В-1–400 ТХС по ГОСТ 25336-82;
- 1.4 Колбы мерные 2-500-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770-74;
- 1.5 Пипетки 2-2-10, 2-2-100 по ГОСТ 29169-91;
- 1.6 Цилиндр 1-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- 1.7 Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, раствор, разбавленный 1:1;
- 1.8 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор, разбавленный 1:2;
- 1.9 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.

2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

Для проведения проверки анализатора готовят 3 контрольных раствора с концентрацией ионов меди (Cu^{2+}): 0,6; 15 и 30 $\text{г}/\text{дм}^3$.

2.1 Приготовление контрольного раствора с концентрацией ионов меди (Cu^{2+}) 30 $\text{г}/\text{дм}^3$ (раствор № 1)

Навеску СО состава меди высокой чистоты массой 15 г взвешивают с погрешностью не более $\pm 0,0003$ г, помещают в термостойкий стакан вместимостью 400 см^3 , медленно приливают 90 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1 (порциями в 2-3 приема не допуская бурного протекания реакции, каждый раз закрывая стакан часовым стеклом) и оставляют до полного растворения навески. В случае прекращения реакции растворение продолжают при слабом нагревании. После полного растворения навески к раствору прибавляют 30 см^3 концентрированной серной кислоты (осторожно, раствор сильно разогревается!) и упаривают для удаления окислов азота до появления густых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, аккуратно обмывают часовое стекло и разбавляют раствор до 100 см^3 дистиллированной водой. Раствор из стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и разбавляют до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора 12 месяцев в стеклянной таре со шлифом или притертой пробкой при комнатной температуре. Концентрацию приготовленного раствора C_1 ($\text{г}/\text{дм}^3$) рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot A}{V \cdot 100}, \quad (\text{A.1})$$

где m – масса навески СО состава меди высокой чистоты ГСО 10800-2016, г;
 A – аттестованное значение массовой доли меди в ГСО 10800-2016, %;
 V – вместимость мерной колбы, дм^3 .

2.2 Приготовление контрольного раствора с концентрацией ионов меди (Cu^{2+}) 15 г/дм^3 (раствор № 2)

Аликвоту раствора №1 объемом 100 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , прибавляют 15 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1:2, и разбавляют до метки дистиллированной водой. Концентрацию приготовленного раствора $C_2 \text{ (г/дм}^3\text{)}$ рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V}, \quad (\text{A.2})$$

где C_1 – концентрация раствора №1, г/дм^3 ;
 V_1 – объем аликвоты раствора №1, дм^3 ;
 V – вместимость мерной колбы, дм^3 .

2.3 Приготовление контрольного раствора с концентрацией ионов меди (Cu^{2+}) $0,6 \text{ г/дм}^3$ (раствор № 3)

Аликвоту раствора №1 объемом 10 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , прибавляют 80 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1:2, и разбавляют до метки дистиллированной водой. Концентрацию приготовленного раствора $C_3 \text{ (г/дм}^3\text{)}$ рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_1 \cdot V_2}{V}, \quad (\text{A.3})$$

где C_1 – концентрация раствора №1, г/дм^3 ;
 V_2 – объем аликвоты раствора №1, дм^3 ;
 V – вместимость мерной колбы, дм^3 .

3 РАСЧЕТ ПОГРЕШНОСТИ ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

3.1 Расчёт относительной погрешности приготовления контрольного раствора с концентрацией ионов меди (Cu^{2+}) 30 г/дм^3 (раствор № 1)

Относительная погрешность (δ_{N1}) приготовления контрольного раствора №1 при доверительной вероятности $P=0,95$ рассчитывается по формуле

$$\delta_{N1} = 1,1 \cdot \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2}, \quad (\text{A.4})$$

где δ_1 – относительная погрешность определения аттестованного значения меди в ГСО 10800-2016, равная $0,012 \%$;

δ_2 – относительная погрешность взвешивания навески ГСО 10800-2016, равная 0,002 %;

δ_3 – относительная погрешность вместимости мерной колбы, равная 0,1 %.

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора №1 при доверительной вероятности $P=0,95$ составляет

$$\delta_{N1} = 1,1 \cdot \sqrt{0,012^2 + \left(\frac{0,0003 \cdot 100}{15,0000}\right)^2 + \left(\frac{0,5 \cdot 100}{500,0}\right)^2} = 0,11 \text{ \%}.$$

3.2 Расчёт относительных погрешностей (δ_{N2}) и (δ_{N3}) приготовления контрольных растворов с концентрацией ионов меди (Cu^{2+}) 15 г/дм³ (раствор № 2) и 0,6 г/дм³ (раствор № 3)

Относительные погрешности приготовления контрольных растворов №2 и №3 при доверительной вероятности $P=0,95$ рассчитываются по формуле

$$\delta_{Ni} = 1,1 \cdot \sqrt{\delta_{N1}^2 + \delta_3^2 + \delta_4^2}, \quad (\text{A.5})$$

где δ_{Ni} – относительная погрешность приготовления контрольных растворов с Ni ($i=2,3$), %;

δ_{N1} – относительная погрешность приготовления контрольного раствора № 1, %;

δ_3 – относительная погрешность вместимости мерной колбы, %;

δ_4 – относительная погрешность вместимости пипетки, %.

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора №2 при доверительной вероятности $P=0,95$ составляет

$$\delta_{N2} = 1,1 \cdot \sqrt{0,1^2 + \left(\frac{0,15 \cdot 100}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,3 \cdot 100}{200}\right)^2} = 0,25 \text{ \%}.$$

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора №3 при доверительной вероятности $P=0,95$ составляет

$$\delta_{N3} = 1,1 \cdot \sqrt{0,1^2 + \left(\frac{0,04 \cdot 100}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,5 \cdot 100}{500}\right)^2} = 0,47 \text{ \%}.$$